

УДК 669.017.3

Дилатометрический анализ структурных превращений в алюминиево-кремниевых сплавах при термоциклической обработке

В.С. Биронт*, В.И. Аникина, А.А. Ковалева
*Сибирский федеральный университет,
Россия 660041, Красноярск, пр. Свободный, 79 ¹*

Received 16.11.2009, received in revised form 03.12.2009, accepted 18.12.2009

В статье рассмотрены обнаруженные особенности изменений линейных размеров образцов сплавов алюминий-кремний при нагреве и охлаждении в процессах термической и термоциклической обработки. Показано, что аномальные эффекты расширения-сжатия в литых образцах, содержащих эвтектику, обусловлены нарушением сплошности непрерывного эвтектического бикристалла. Установлено, что этот процесс происходит при температуре 410-420 °С. Деление эвтектического кристалла и последующие процессы сфероидизации и коагуляции приводят к образованию зернистых структур.

Ключевые слова: алюминиево-кремниевые сплавы, эвтектика, эвтектический бикристалл, термоциклическая обработка, сфероидизация, коагуляция.

Введение

Термоциклическая обработка (ТЦО), являясь одной из разновидностей термической обработки металлов и сплавов [1-5], в своей основе использует закономерности структурных и фазовых превращений, которые возможны в обрабатываемых материалах при нагревах и чередующихся с ними охлаждениях [4, 5].

Ранее было установлено [1-4], что в силуминах, т.е. в сплавах, содержащих в структуре эвтектическую составляющую, при ТЦО наблюдается дробление непрерывного эвтектического кристалла, хрупких фазовых составляющих за счёт физико-химического деления на отдельные частицы, распределенные в пластичной матрице твердого раствора [6-9].

В качестве причины возникающей микропластической деформации при ТЦО, указываются различие удельных объемов исходной и образующейся фазы, различие коэффициентов линейного расширения и модулей упругости контактирующих фаз при нагревах и охлаждениях, а также анизотропия величины коэффициента термического расширения в различных кристаллографических направлениях в соседних зернах металла [4].

При ТЦО гетерогенных сплавов, состоящих из разнородных фаз, степень накопления физических несовершенств в составе фаз зависит как от характера напряженно-деформированного

* Corresponding author E-mail address: VBiront@sfu-kras.ru

¹ © Siberian Federal University. All rights reserved

состояния системы, так и от соотношения механических свойств сосуществующих фаз. Совершенно очевидно, что в случае упругопластической деформации сплавов системы алюминий-кремний основную долю энергии деформации будет поглощать алюминиевый твердый раствор, накапливая от цикла к циклу дислокации. При этом происходит его деформационное упрочнение, что приводит к непрерывному изменению соотношения свойств алюминиевого твердого раствора и контактирующих с ним кристаллов кремния и, соответственно, схемы напряженного состояния системы [4].

В алюминиевом твердом растворе за счет накопленной энергии дислокаций стимулируется развитие рекристаллизационных процессов, а в кремниевых кристаллах – развитие полигонизации. Оба эти процесса наблюдали экспериментально при разработке способов термоциклической обработки алюминий-кремниевых сплавов [7 – 9]. Эффекты рекристаллизации алюминиевого твердого раствора и полигонизации в эвтектических кристаллах кремния были обнаружены методами растровой электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа. Дальнейшие структурные преобразования, приводящие к изменению протяженности межфазных поверхностей, в основном связаны с развитием сфероидизации и коагуляции частиц кремния [10].

Однако до настоящего времени не было экспериментально изучено развитие деформационных процессов при термоциклировании гетерогенных структур, представителями которых являются алюминий-кремниевые сплавы, содержащие эвтектику. В связи с этим цель настоящей работы – наглядно представить деформационные процессы в образцах литейных алюминиевых сплавов, содержащих эвтектику, на основе выполненных дилатометрических исследований.

Методики исследований

В качестве объекта исследования были выбраны сплавы системы алюминий-кремний, в том числе эвтектический, с содержанием кремния 13 %. Структурные исследования выполнялись как на эвтектическом сплаве, так и на сплаве с содержанием кремния 7 %.

Выбираемые режимы ТЦО сплава Al-13 % Si выполнялись по схеме, приведенной в табл. 1 (T_v – верхняя температура нагрева, T_n – нижняя температура нагрева, n – число циклов).

Термоциклирование осуществляли в электрической печи дилатометра «SADAMEL», его показания фиксировали головкой нормальной чувствительности типа «SN», увеличение которой по оси ординат составляло 300. Относительное удлинение измеряли по точкам и, учитывая увеличение дилатометрической головки, рассчитывали истинное удлинение. В опытах № 7, 8 после законченного трехкратного термоциклирования с охлаждением до комнатной температуры проводили дополнительные 2 цикла при $T_v = 535$ °C и $T_n = 300$ °C.

Таблица 1. Технологические режимы ТЦО сплава Al-13 % Si

№	1	2	3	4	5	6	7*	8*
T_v	535	500	450	470	500	500	535	400
T_n	300	300	300	300	200	400	300	300
n	5	5	5	5	5	5	3+2	3+2

Анализ экспериментальных результатов

Тепловое расширение гетерогенных материалов определяется не только значениями коэффициентов термического расширения составляющих фаз и их количеством, но и их структурным состоянием. Усредненные значения, рассчитанные по правилам Н.С. Курнакова, могут иметь место лишь в случаях статистически однородного неупорядоченного распределения частиц фаз, произвольно ориентированных в пространстве.

Эвтектические сплавы по своей природе представляют собой совокупности бикристаллических зерен, характеризующихся резко различными свойствами составляющих фаз, в том числе коэффициентами термического расширения и релаксационной способностью по отношению к возникающим в системе внутренним напряжениям. Поэтому эвтектические сплавы должны проявлять склонность к структурным переходам деформационного характера при достижении некоторых критических температур. Эти переходы должны обнаруживаться методами дилатометрических измерений.

Выполненные по указанной методике эксперименты показали, что при исследованных режимах ТЦО происходило изменение длины образцов в соответствии с их коэффициентами термического расширения и их изменениями в моменты структурных переходов, обусловленных релаксационными деформационными явлениями в момент достижения критических температур. Для исследованного сплава такой критической температурой была температура 410-420 °С. Нагрев образцов в печи дилатометра от комнатной температуры до 410-420 °С приводит к непрерывному удлинению образца, обусловленному термическим расширением (рис.1-7). Дальнейшее непрерывное повышение температуры выше 410-420 °С приводит к укорочению образца. Причем в нескольких параллельных опытах критическая температура сохраняет неизменное значение, а сжатие (укорочение) образца происходит во всех случаях нагрева от 410-420 °С до температур 450-535 °С. Сжатие образцов после структурного перехода при 410 °С было тем больше, чем до более высоких температур проводился первичный нагрев.

При охлаждении после первого нагрева, в начальный момент понижения температуры происходит удлинение образцов. Его значение сначала достигает максимума, а затем происходит нормальное укорочение образца с понижением температуры. Линия, характеризующая сжатие при охлаждении, не накладывается на линию, характеризовавшую расширение при нагреве. Разница в конечных размерах образцов характеризует остаточную деформацию за период цикла: нагрев-охлаждение. Причем такая остаточная деформация за период одного цикла нагрев-охлаждение зависит от конечной температуры нагрева. Она тем больше, чем выше конечная температура нагрева (сравните последовательно рис. 1 с рис. 2-4).

При использовании наибольшей температуры окончательного нагрева (535 °С) максимум на кривой охлаждения выявляется при температуре 505-510 °С, что свидетельствует о почти полном завершении релаксационных процессов, ответственных за удлинение образца при охлаждении. При ограничении первичного нагрева температурой 500 °С максимум на кривой охлаждения смещается до температур 440 °С, а использование при первичном нагреве температуры 450 °С смещает максимум на кривой охлаждения еще больше – до температур ниже 410 °С.

Продолжение нагревов и охлаждений в режиме ТЦО во всех рассмотренных случаях первичного нагрева не вызывало новых перегибов на кривых нагрева и охлаждения. При дальней-

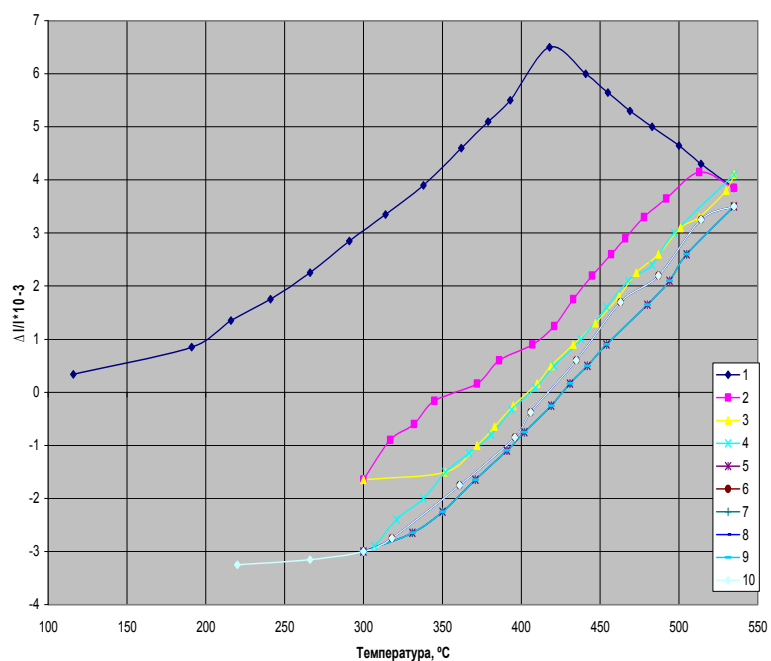


Рис. 1. Дилатограмма литого алюминиево-кремниевого сплава АК13 при ТЦО (535-300 °С): 1-10 – нечетные – линии нагревов; четные – линии охлаждений, последовательно от 1-го по 5-й цикл

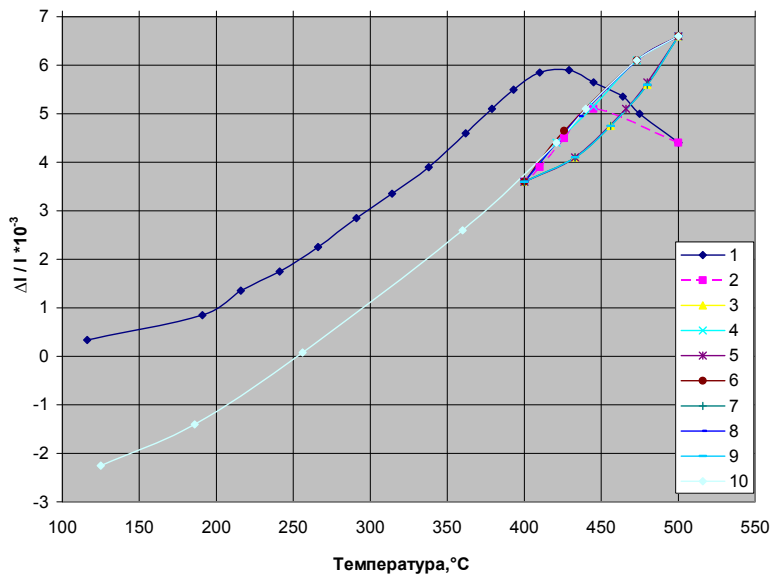


Рис.2. Дилатограмма литого алюминиево-кремниевого сплава АК13 при ТЦО (500-400 °С): 1-10 – нечетные – линии нагревов; четные – линии охлаждений, последовательно от 1-го по 5-й цикл

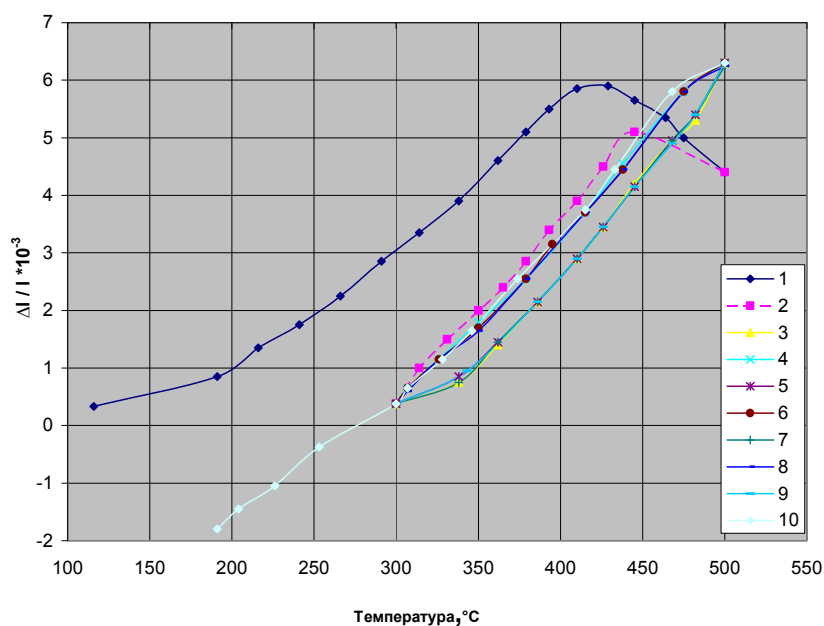


Рис.3. Дилатограмма литого алюминиево-кремниевого сплава АК13 при ТЦО (500-300 °С): 1-10 – нечетные – линии нагревов; четные – линии охлаждений, последовательно от 1-го по 5-й цикл

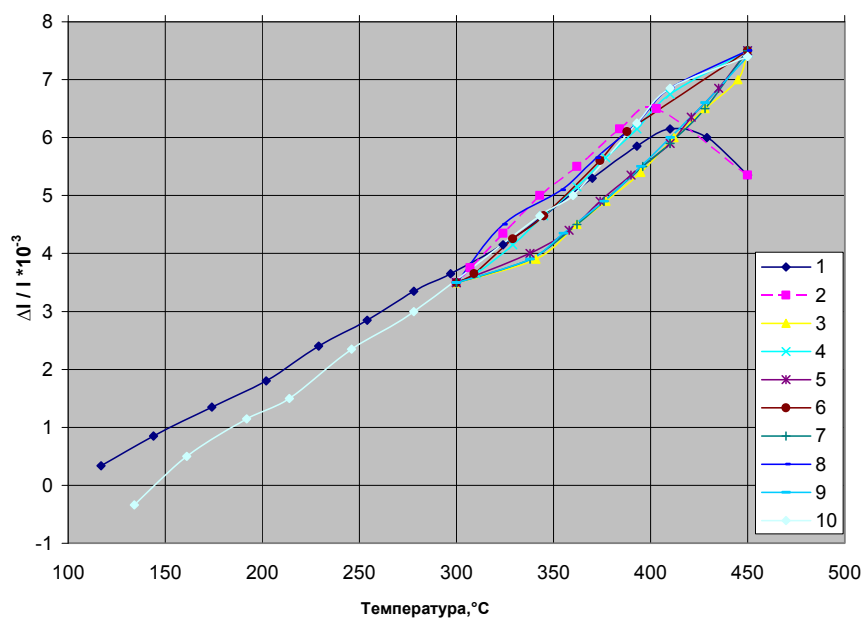


Рис.4. Дилатограмма литого алюминиево-кремниевого сплава АК13 при ТЦО (450-300 °С): 1-10 – нечетные – линии нагревов; четные – линии охлаждений, последовательно от 1-го по 5-й цикл

ших нагревах (втором – пятом) кривые расширения и сжатия образцов образовывали замкнутые циклы, соответствующие обратимым структурным изменениям за период цикла. Ширина гистерезисной петли уменьшалась от второго цикла к третьему, а при третьем, четвертом и пятом циклах ширина гистерезисных петель между собой не отличалась. Это свидетельствует о том, что структурные превращения, которые могли бы влиять на ход дилатометрических кривых, происходящие при ТЦО, завершились к третьему циклу. Однако структурные изменения продолжают и далее. Об этом свидетельствуют структурные изменения, наблюдаемые в результате осуществления ТЦО с различным числом циклов (рис. 5). Из представленных на рис. 5 снимков видно, что при осуществлении даже одного цикла (рис. 5б) нарушается сплошность дендритного разветвленного эвтектического кристалла кремния.

Дальнейшее термоциклирование до трех и особенно до пяти циклов обеспечивает полное преобразование структуры, в результате чего непрерывный разветвленный эвтектический би-кристалл заменяется структурой твердого раствора с распределенными в нем изолированными частицами кремния. При этом такие кремниевые частицы с увеличением числа циклов ТЦО сфероидизируются и коагулируют по механизмам, изученным ранее [4-10]. Принципиально новым, выявленным с помощью оптической микроскопии фактом является структура рекристаллизации в твердом растворе на месте бывшей эвтектической колонии.

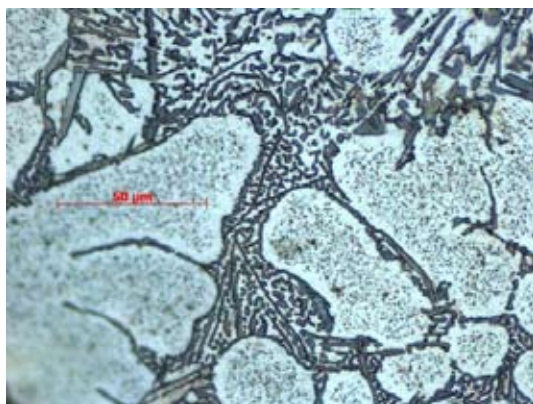
Ранее явление рекристаллизации алюминиевого твердого раствора в составе эвтектики было обнаружено методами рентгеноструктурного анализа и растровой электронной микроскопии. Впервые выявленная методом оптической микроскопии структура (рис. 5д) является новым подтверждением разработанных ранее механизмов процессов структурообразования при термоциклической обработке эвтектических гетерогенных сплавов.

Нагрев образцов, прошедших предварительно трехкратный цикл ТЦО, при последующем новом нагреве от комнатной температуры до максимально используемой (535°C) уже не приводил к сжатию при температурах $410\text{--}420^{\circ}\text{C}$ (рис. 6), в связи с чем не появлялся максимум на кривой. Этот максимум не появлялся и при последующих нагревах и охлаждениях в исследуемом интервале температур ТЦО ($535\text{--}300^{\circ}\text{C}$).

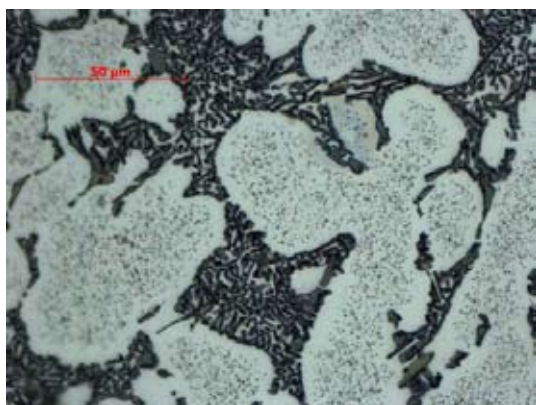
Ширина петли гистерезиса в этом случае оказалась очень малой и соответствовала аналогичной ширине гистерезисных петель, полученных при последних циклах ТЦО для других исследованных ранее образцов. Это свидетельствовало о том, что структурные изменения, происходящие при избыточном числе циклов, уже не приводили к аномальным эффектам расширения и сужения образцов.

Первоначальный нагрев, который проводили при температурах, не превышающих обнаруженной критической точки ($410\text{--}420^{\circ}\text{C}$), также не выявил сжатия при нагреве и расширения при последующем охлаждении. Это свидетельствует о том, что структурные преобразования эвтектик невозможны ниже обнаруженного экспериментального максимума на дилатометрических кривых, что позволяет рассматривать установленную температуру в качестве критической точки структурной перекристаллизации эвтектик. В этой связи следует рассматривать задачу поиска таких критических точек для всех сплавов эвтектического типа в качестве одной из перспективных задач современного металловедения.

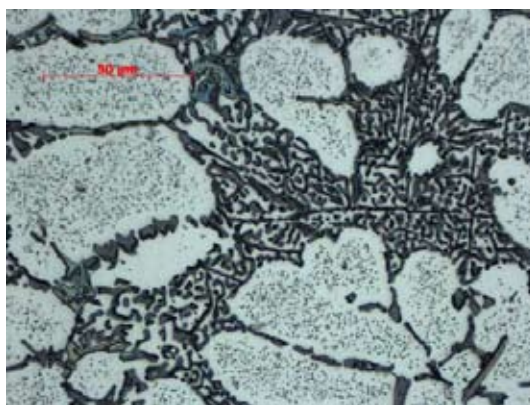
В качестве гипотетического механизма таких структурных преобразований можно предложить следующую схему процессов.



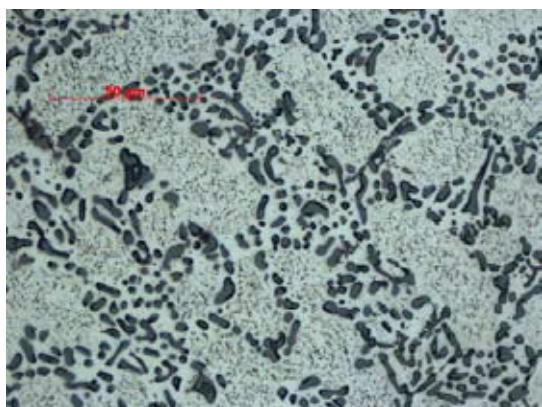
a



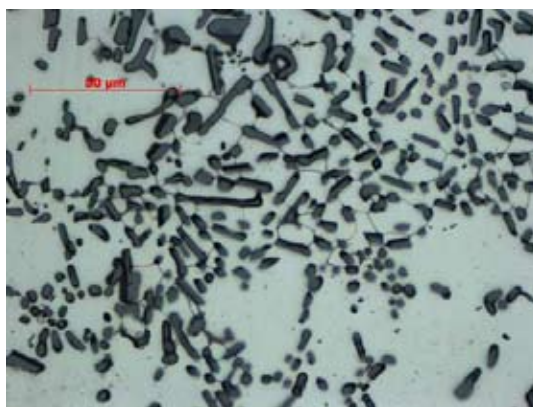
б



в



г



д

Рис.5. Микроструктура сплава АК7 в литом состоянии (а) и после ТЦО с количеством циклов: б – 1; в – 3; г – 5; д – 7

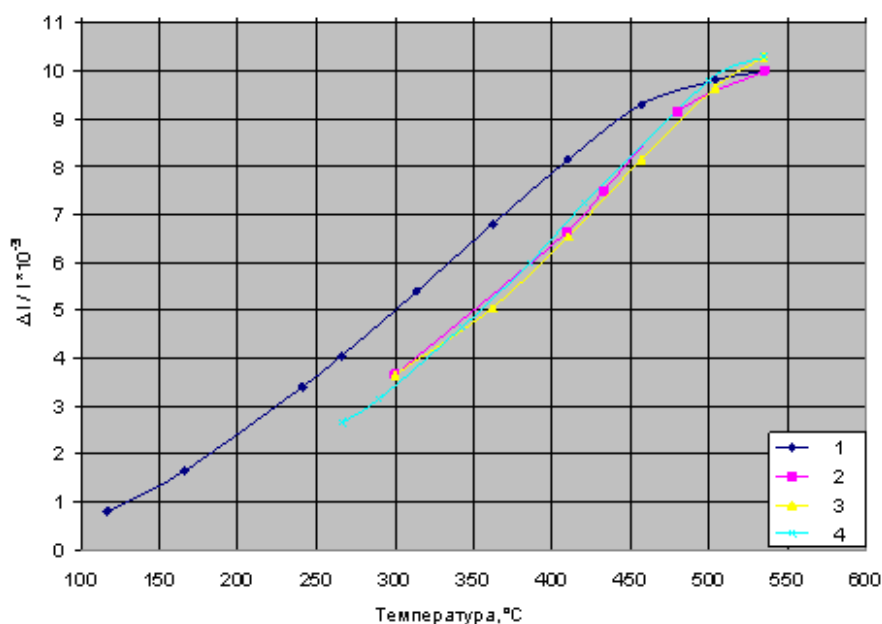


Рис. 6. Дилатограмма литого алюминиево-кремниевого сплава АК13, прошедшего предварительную ТЦО (535-300 °С): 1-4 – нечетные – линии нагревов; четные – линии охлаждений, последовательно 1-го и 2-го циклов

Известно, что эвтектика в системе алюминий-кремний представляет собой непрерывный тонкоразветвленный бикристалл с игольчатой (пластинчатой) огранкой. В связи с этим при дилатометрических исследованиях расширение и сжатие образцов при нагревах и охлаждениях контролируется преимущественно фазой, имеющей меньший коэффициент линейного расширения, т.е. кремнием.

В микрообъемах бикристаллической ячейки алюминий-кремний изменения происходят на межфазной границе, как при нагреве, так и при охлаждении. Они вызывают возникновение касательных напряжений вдоль направления межфазной поверхности, что связано с различиями коэффициентов линейного расширения алюминия и кремния. Эти напряжения увеличиваются с ростом температуры и достигают при некотором ее значении предела упругости и предела текучести твердого раствора на основе алюминия, а также предела прочности кремниевого кристалла. При этом упругая деформация переходит в пластическую деформацию алюминиевого твердого раствора и затрачивается на нарушение сплошности кремниевых кристаллов, разделяющихся на отдельные фрагменты, вызывая разрядку напряжений за счет обоих процессов.

Основной цикл такой разрядки, как показали результаты дилатометрических исследований, приходится на первый и второй циклы нагрева и охлаждения, что и обеспечивает разделение непрерывного разветвленного эвтектического кристалла кремния на отдельные фрагменты. При последующих циклах также происходят аналогичные явления, которые вызывают перераспределение напряженного состояния в системе алюминий-кремний и могут приводить к возникновению изгибающих напряжений в кристаллах кремния и накоплению дислокаций внутри обоих кристаллов (как алюминия, так и кремния). При продолжении ТЦО развивающиеся процессы способствуют дальнейшему физико-химическому делению кремниевых частиц,

а также их сфероидизации и коагуляции. Накопленная повышенная плотность дислокаций в алюминиевом твердом растворе обеспечивает при температурных условиях ТЦО развитие рекристаллизации, приводящей в ряде случаев к формированию рекристаллизованной зеренной структуры, выявленной в настоящем исследовании.

Температура, при которой происходит накопление максимальных упругих напряжений и их разрядка, соответствует критической точке, значение которой определяется положением обнаруженного максимума на дилатометрических кривых (410-420 °С).

Выводы

1. Методом дилатометрического анализа, совмещенного со структурными исследованиями сплавов системы алюминий-кремний, наглядно показано развитие деформационных процессов при термоциклической обработке гетерогенных сплавов, содержащих эвтектические составляющие в структуре.

2. Установлено, что для сплавов в литом состоянии характерны структурные преобразования эвтектик, обусловленные различием коэффициентов термического расширения составляющих фаз. Этому структурному превращению соответствует критическая точка, значение которой для сплавов алюминий-кремний составляет 410-420 °С.

3. Сущность структурной перестройки при температуре критической точки составляет нарушение сплошности одной из фаз (например, кремния в системе алюминий-кремний) в составе непрерывного разветвленного эвтектического бикристалла, в результате чего на месте эвтектики формируется структура твердого раствора с распределенными по его объему изолированными частицами разделившейся фазы. Форма частиц в процессе ТЦО последовательно преобразуется в направлении уменьшения суммарной свободной энергии: через сферическую – к ограненной, соответствующей кристаллогеометрии микрочастиц вещества.

Список литературы

1. А.С. (СССР) № 603695. МПК C22F 1/04. Способ термической обработки алюминиевых литейных сплавов /В.К. Федюкин, Б.Н. Подзоров [и др.] – опубл. БИ 1978, № 15.
2. А.С. (СССР) № 692905. МПК C22F 1/04. Способ термической обработки за эвтектических сплавов системы алюминий-кремний / В.С. Биронт, В.А. Суших [и др.] – опубл. БИ 1979, № 39.
3. А.С. (СССР) № 854050. МПК C22F 1/04. Способ обработки алюминиевых сплавов / В.С. Биронт, Б.С. Заиграйкина – не опубл. Зарегистрировано в Гос. реестре изобр. СССР 07.04.1981.
4. Биронт В.С. Основы теории и технологии термоциклической обработки металлов и сплавов: учебное пособие. – Красноярск: Изд-во КПИ, 1984. – 76 с.
5. Биронт В.С., Крушенко Г.Г. Влияние термической и термоциклической обработки на структуру и свойства мартенситно-старееющей стали // Журнал Сибирского федерального университета. Техника и технологии. – 2008ю – Т.1 (3). – С. 247 – 255.
6. Федюкин В.К. Метод термоциклической обработки металлов. – 2-е изд., перераб., доп. – Л.:Изд-во Ленингр. ун-та, 1984. – 192 с.

7. Биронт В.С., Шепельский Н.В., Ждановская В.А. Деление кристаллов первичного кремния в заэвтектических алюминиево-кремниевых сплавах при термоциклической обработке // Изв. вузов. Цветная металлургия. – 1983. – № 3. – С. 88-91.
8. Биронт В.С., Горелик С.С., Биронт В.С., Заиграйкина Б.С. Влияние термоциклической обработки на структуру и свойства силуминов // МИТОМ. – 1983. – № 5. – С. 48-50.
9. Биронт В.С., Заиграйкина Б.С. Структура и свойства литейных алюминиевых сплавов после термоциклирования // Литейное производство. – 1982. – № 7. – С. 15-16.
10. Биронт В.С., Чернов А.Г., Заиграйкина Б.С. Об изменении межфазной поверхности в эвтектике системы алюминий-кремний при термоциклировании // Поверхность. Физика, химия, механика. Изд.АН СССР. – 1983. – № 11. – С. 71-74.

Dilatometer Analysis of Structural Transformations in the Aluminum-Silicon Alloys during the Thermo-Cyclic Processing

**Vitaly S. Biront, Valentina I. Anikina
and Angelina A. Kovalyova**
*Siberian Federal University,
79 Svobodny, Krasnoyarsk, 660041 Russia*

The article deals with the detected features of the changes on heating and cooling of the linear dimensions of samples alloy of aluminum-silicon during heat treatment and thermo-cyclic processing. We show that the anomalous effects in the expansion-compression cast samples containing eutectics due to the continuous violation of continuity of the eutectic dual crystal. It was found that this process occurs at a temperature of 410-420 °C. The division of the eutectic crystal and subsequent transformation in a form sphere and coagulation processes lead to the formation of granular structures result in.

Keywords: aluminum-silicon alloys, eutectics, the eutectic dual crystal, thermo-cyclic processing, transformation in a form sphere, coagulation.
